

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

D00333-DOCUMENT 13 OF 13 DERWENT WEEK 199937 Oct 13, 1999

ACCESSION NO: 1999-437607

CROSS-REFERENCE ACCESSION NO: C1999-128594 N1999-326863

TITLE: Chemical indicator for plasma sterilization of medical or surgical equipment - produces variation of color tone on base material corresponding to sterilization state of equipment

PATENT ASSIGNEE: HOGY MEDICAL KK.

COMPANY CODE: HOGI-.

PATENT FAMILY:

Patent_No	Kind	Date	Week	Lng	Pages	Applic_No	Date	Kind
JP	11178904	A	19990706	199937	006	JP	0365688	19971222

ABSTRACT: JP 11178904 A (Basic) NOVELTY - The indicator includes a pigment, a discoloring agent and a binder. A variation of color tone corresponding to sterilization state is produced by the indicator on a base material. USE - For plasma sterilization of medical and surgical equipment. ADVANTAGE - Handling and storage of indicator is easy, as reduction of color change during sterilization is reduced. Confirms sterilization of target object and detects whether sterilization conditions effect target object after sterilization. |Dwg.0/0

PRIORITY: JP 0365688 (1997/12/22).

INT'L PATENT CLASS: A61L-002/14 A61L-002/26 C12M-001/34 C12Q-001/22

DERWENT CLASS: D-22 P-34

MANUAL CODES: D09-A

(19) 【発行国】 日本国特許庁 (JP)

(12) 【公報種別】 公開特許公報 (A)

(11) 【公開番号】 特開平 11-178904

(43) 【公開日】 平成 11 年 (1999) 7 月 6 日

(54) 【発明の名称】 プラズマ滅菌用インジケーター

(51) 【国際特許分類第 6 版】

A61L 2/26

2/14

G12M 1/34

G12Q 1/22

【FI】

A61L 2/26 C

2/14

G12M 1/34 D

G12Q 1/22

【審査請求】 未請求

【請求項の数】 4

【出願形態】 FD

【全頁数】 6

(21) 【出願番号】 特願平 9-365688

(22) 【出願日】 平成 9 年 (1997) 12 月 22 日

(71) 【出願人】

【識別番号】 000137052

【氏名又は名称】 株式会社ホギメディカル

【住所又は居所】 東京都文京区湯島 1 丁目 12 番 4 号

(72) 【発明者】

【氏名】 三雲 昌夫

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application (A)] Japan Unexamined Patent Publication Hei 11-178904

(43) [Publication Date of Unexamined Application] Heisei 11 year (1999) July 6 day

(54) [Title of Invention] INDICATOR FOR PLASMA STERILIZATION

(51) [International Patent Classification 6th Edition]

A61L 2/26

2/14

G12M 1/34

G12Q 1/22

[FI]

A61L 2/26 C

2/14

G12M 1/34 D

G12Q 1/22

[Request for Examination] Examination not requested

[Number of Claims] 4

[Form of Application] FD

[Number of Pages in Document] 6

(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 9-365688

(22) [Application Date] 1997 (1997) December 22 day

(71) [Applicant]

[Applicant Code] 000137052

[Name] HOGY MEDICAL CO. LTD. (DB 69-069-1480)

[Address] Tokyo Bunkyo-ku Yushima 1-12-4

(72) [Inventor]

[Name] Mikumo Masao

【住所又は居所】茨城県稲敷郡美浦村布佐 1776-1 株式会社ホギメディカル研究開発部内

[Address] Inside of Ibaraki Prefecture Inashiki-gun Mihomura Fusa 1776-1 Hoky Medical Co. Ltd. (DB 69-069-1480) research and development department

(74) 【代理人】

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

【弁理士】

[Patent Attorney]

(57) 【要約】

(57) [Abstract]

【目的】 本発明は、プラズマ滅菌法によって、医療器材などを滅菌する際に、滅菌される器材が滅菌処理工程を終ったかどうかの判別、滅菌が効果的に行われたかを色調変化によって確認するための化学的インジケータの改良に関する発明である。

[Objective] This invention when sterilization doing medical instrument part etc with plasma sterilization method, whether distinction and sterilization whether or not component which sterilization is done passed sterilization step of, were done in effective, is invention regarding improvement of chemical indicator in order to verify by the color change.

【構成】 本発明は、色素と変色助剤とバインダー（結着剤）とこれらを溶解する溶剤とからなるインクを基材に塗布又は印刷し、プラズマ滅菌法により色調の変化を生じるプラズマ滅菌用インジケータである。

[Constitution] It is a indicator - for plasma sterilization where this invention dye and color change promoter and binder (adhesive) ink which consists of solvent which melts these to substrate applies or prints, causes color change due to plasma sterilization method.

【特許請求の範囲】

[Claim(s)]

【請求項 1】 色素と変色助剤とバインダー（結着剤）とからなることを特徴とし、プラズマ滅菌法により色調の変化を生じることを特徴とするプラズマ滅菌用インジケータ。

[Claim 1] Indicator for plasma sterilization which designates that it designates that it consists of dye and color change promoter and binder (adhesive) as feature, it causes color change due to plasma sterilization method as feature.

【請求項 2】 色素をトリフェニルメタン系色素又はシアニン系色素としたことを特徴とする請求項 1 記載のプラズマ滅菌用インジケータ。

[Claim 2] Dye indicator for plasma sterilization which is stated in Claim 1 which designates that it makes triphenylmethane dye or cyanine dye as feature.

【請求項 3】 色素をトリフェニルメタン系色素又はシアニン系色素のうちの 1 種類若しくは数種類とし、変色助剤としてメルカプト基を有する化合物のうちの少なくとも 1 種類としたことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載のプラズマ滅菌用インジケータ。

[Claim 3] Indicator for plasma sterilization which is stated in Claim 1 or 2 which designates that it makes at least 1 kind among compound which designate dye as the one kind or several kinds inside triphenylmethane dye and cyanine dye, possess mercapto group as the color change promoter as feature.

【請求項 4】 変色助剤としてジチオカルバミル基を有する化合物のうちの少なくとも 1 種類としたことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載のプラズマ滅菌用インジケータ。

[Claim 4] Indicator for plasma sterilization which is stated in Claim 1 or 2 which designates that it makes at least 1 kind among compound which possess dithiocarbamyl group as the color change promoter as feature.

【発明の詳細な説明】

[Description of the Invention]

【0001】

[0001]

【産業上の利用分野】 本発明は、低温ガスプラズマ滅菌法によって、色調を変化させ、滅菌が効果的に行われたか否かを確認するための化学的インジケータの改良に関する発明である。

[Field of Industrial Application] This invention is invention regarding improvement of chemical indicator in order to verify whether or not where changing, sterilization was done color in effective by low temperature gas plasma sterilization method.

【0002】

[0002]

【従来の技術】従来、病院などの医療機関で手術用あるいは治療用に使用する器材を滅菌するために、高圧蒸気滅菌法あるいはエチレンオキシドガス滅菌法が用いられている。

【0003】これらの高圧蒸気滅菌法あるいはエチレンオキシドガス滅菌法による滅菌処理法において、滅菌される器材が滅菌処理工程を経たかどうかの判別、あるいは器材に作用した滅菌条件が適正であったかどうかの検知をすることは極めて重要である。

【0004】この判別手段あるいは検知手段の一つとして、滅菌処理により色調が変化する化学的滅菌インジケータを使用しており、この滅菌用インジケータはそれぞれの滅菌方法において専用のものを使用する必要がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来から用いられているエチレンオキシドガス滅菌法は、比較的に低温度（40～60℃）で滅菌が行えるため、熱に弱いプラスチック製器材や内視鏡などの滅菌に多く用いられているが、エチレンオキシドガス滅菌法では滅菌後の器材に毒性の強いエチレンオキシドが吸着して残存し易いため、その滅菌後の器材に付着した毒性の強いエチレンオキシドの除去を行う必要があるという欠点がある。

【0006】近年、高圧蒸気滅菌法及びエチレンオキシドガス滅菌法に変わらる滅菌法として過酸化水素などの酸化性を有するガスやその他のガスを用い低温ガスプラズマによる殺菌力を利用したプラズマ滅菌法が用いられるようになった。プラズマ滅菌法に用いられるインジケータとして公知のものとしては、米国特許第5482684号に記載されるものが唯一である。

【0007】前記米国特許第5482684号に記載されている技術内容は、主成分として過酢酸及び酢酸を含むガスを用いる低温ガスプラズマ滅菌法において滅菌工程をモニタリングする装置に関するものであり、前記米国特許第5482684号の明細書の第14欄の例5に、このプラズマ滅菌法で変色するインジケータについて記載している。

【0008】前記米国特許第5482684号に記載されているインジケータでは、インジケータ中に配合してあるpH指示薬の一種であるブロムフェノールブルーが、滅菌に使用する過酢酸や酢酸のガスの作用によって暗青色から淡黄色に変色することが記載されている。

【0009】これに対して、本出願の発明のプラズマ滅菌用インジケータは、酸化性を有する過酸化水素や過酢酸を用

[Prior Art] Until recently, in order sterilization to do component which is used for the surgery or therapy with hospital or other medicine engine, high pressure steam sterilization method or ethylene oxide gas sterilization method has been used.

[0003] Of, quite it is important to detect whether or not sterilization condition which operated distinction or component whether or not component which the sterilization is done passed sterilization step in sterilization method due to these high pressure steam sterilization method or ethylene oxide gas sterilization method, was proper of.

[0004] We use chemical sterilization indicator where color changes as this determination means or one of the detection means, with sterilization as for indicator for this sterilization regarding to the respective sterilization method, we are necessary to use private ones.

[0005]

[Problems to be Solved by the Invention] But, is used from until recently as for ethylene oxide gas sterilization method which, Because it can do sterilization relatively with low temperature (40 to 60 °C), it is mainly used for plastic component and endoscope or other sterilization which are vulnerable to heat, but with ethylene oxide gas sterilization method ethylene oxide where toxicity is strong in component after the sterilization adsorbing, because it is easy to remain, there is a deficiency that is necessary to remove ethylene oxide where toxicity which deposits in component after sterilization is strong.

[0006] It reached point where it can use plasma sterilization method which utilizes the sterilization power due to low temperature gas plasma making use of gas and other gas which possess hydrogen peroxide or other oxidative recently, as sterilization method which can change to the high pressure steam sterilization method and ethylene oxide gas sterilization method. Those which are stated in U. S. Patent No. 5482684 number as those of public knowledge as the indicator which is used for plasma sterilization method, are only one.

[0007] Technology content being stated in aforementioned U. S. Patent No. 5482684 number, it is something regarding equipment which sterilization step monitoring is done in the low temperature gas plasma sterilization method which uses gas which includes peracetic acid and acetic acid as main component, in the Example 5 of column 14 of specification of aforementioned U. S. Patent No. 5482684 number, it states concerning indicator which changes color with this plasma sterilization method.

[0008] With indicator which is stated in aforementioned U. S. Patent No. 5482684 number, the bromo phenol blue which is a one kind of pH indicator which is combined in indicator is stated, from dark blue changing color to pale yellow with action of the gas of peracetic acid or acetic acid which is used for sterilization.

[0009] In this confronting, As for indicator for plasma sterilization of invention of this application, Uses hydrogen peroxide and

いるプラズマ滅菌法の滅菌工程で、インジケータ中に配合した特定の色素が、酸化性を有するガスの酸化力により褪色（消色）することを原理とした、滅菌用インジケータに関するものであるから、前記米国特許第5482684号に記載されている公知技術とは異なり、酸性を有しないガスである過酸化水素などを用いるプラズマ滅菌法に対しても広く適用できるものである。

【0010】本発明は、プラズマ滅菌法の過程で明瞭な変色（色差）を示し、かつ、保存安定性、特に、光による変色や褪色の少ないプラズマ滅菌用インジケータを提供することを目的とするものである。

【0011】

【課題を解決する為の手段】本発明は、色素と変色助剤とバインダー（結着剤）とからなることを特徴とし、プラズマ滅菌法により色調の変化を生じるプラズマ滅菌用インジケータである。

【0012】

【作用】酸化性のガスである過酸化水素には強い酸化力があり、従来からその酸化力を利用して漂白剤としても用いられるものであるが、過酸化水素プラズマ滅菌に用いる過酸化水素の濃度（滅菌器内の濃度）はかなり低く（数mg/l程度）、各種の色素を含むインキを基材上に塗布して作成したインジケータの脱色性（褪色）について調べたが1サイクルの滅菌工程中で完全に褪色するものは見当たらなかった。

【0013】そこで、色素とバインダーの他に添加剤（変色助剤）を加え、その組み合わせを変えてインジケータを試作し、そのプラズマ滅菌法による変色試験を行った。その変色試験結果、トリフェニルメタン系塩基性色素またはそのカルビノール塩基、またはシアニン系塩基性色素のいずれかと、メルカプト基を有する化合物またはジチオカルバミル基を有する化合物を添加剤（変色助剤）として含むインキを基材上に塗布したインジケータがプラズマ滅菌工程中に明瞭に褪色することを見出した。

【0014】特に、上記トリフェニルメタン系塩基性色素、あるいはそのカルビノール塩基またはシアニン系塩基性色素のいずれかとメルカプト基を有する化合物またはジチオカルバミル基を有する化合物を変色助剤として含むインキを基材上に塗布したインジケータは、滅菌前の色調が鮮明であり、且つ日光やケイ光灯などの環境光に曝露した場合の変色や褪色が少なく、実用上十分な保存安定性を有していることを見出した。

peracetic acid which possess oxidative with sterilization step of the plasma sterilization method which, Specific dye which is combined in indicator, designated that the fading (bleached) it does as principle with oxidative strength of gas which possesses the oxidative, because it is something regarding indicator for sterilization, it is something which vis-a-vis plasma sterilization method which uses hydrogen peroxide etc which is a gas which it does not possess acidity can apply widely unlike publicly known technology which is stated in aforementioned U. S. Patent No. 5482684 number.

[0010] This invention shows distinct color change (color difference) with process of plasma sterilization method, at same time, storage stability, especially, it is something which designates that indicator for plasma sterilization whose color change and the fading due to light are little is offered as objective.

[0011]

[To solve problem means in order] It is a indicator - for plasma sterilization where this invention designates that it consists of dye and color change promoter and binder (adhesive) as feature, causes the color change due to plasma sterilization method.

[0012]

[Work or Operations of the Invention] In hydrogen peroxide which is a gas of oxidative strong oxidative strength to be, As bleach from until recently making use of oxidative strength it is something which is used, but applying ink where concentration (concentration inside sterilizer) of hydrogen peroxide which is used for hydrogen peroxide plasma sterilization quite is low (several mg/l extent), includes various dye on substrate, you inspected concerning decolorizing property (fading) of the indicator which it drew up but completely those which fading are done were not found in sterilization step of 1 cycle.

[0013] Then, changing combination into other than dye and binder including additive (color change promoter), to make on an experimental basis indicator, the discoloration test due to plasma sterilization method was done. discoloration test result, indicator which applied ink which includes the triphenylmethane basic dye or carbinol base, or any of cyanine type basic dye and compound which possesses mercapto group or compound which possesses dithiocarbonyl group as the additive (color change promoter) on substrate clearly discovered fact that fading it does in plasma sterilization step.

[0014] Especially, Above-mentioned triphenylmethane basic dye, Or as for indicator which applied ink which includes carbinol base or any of cyanine type basic dye and compound which possesses mercapto group or the compound which possesses dithiocarbonyl group as color change promoter on substrate, the color before sterilization is vivid, fact that color change and the fading when at same time it exposes in sun light and fluorescent lamp or other ambient light are little, in regard to utility have possessed

[0015]

【実施例】本発明は、(a)トリフェニルメタン系塩基性色素、又はそのカルビノール塩基またはシアニン系塩基性色素、(b)メルカプト基を有する化合物またはジチオカルバミル基を有する化合物(変色助剤)及び(c)バインダー(結着剤)を必須成分として含むインキを基材上に印刷又は塗布してなるプラズマ滅菌用インジケータである。

【0016】インジケータに配合したトリフェニルメタン系塩基性色素又はそのカルビノール塩基またはシアニン系塩基性色素等の色素は、その少なくとも一部がインキ中でメルカプト基を有する化合物あるいはジチオカルバミル基を有する化合物である変色助剤との間で塩を形成している場合もあるが、この塩を含めた色素が低温ガスプラズマ滅菌処理により褪色し、無色又はほぼ無色に変色するものである。

【0017】なお、インジケータの滅菌による変色の速さや光に対する安定性に対しては、①個々の色素の種類と配合量、②メルカプト基を有する化合物あるいはジチオカルバミル基を有する化合物(変色助剤)の種類と配合量及び③バインダー(結着剤)の種類と配合量も関係することが認められた。

【0018】本発明であるインジケータには、上記の必須成分以外に別の色素を配合して、滅菌前及び滅菌後の色調をモディファイすることも可能である。

【0019】本発明であるプラズマ滅菌用のインジケータの作成に必要な成分としての色素は、プラズマ滅菌工程中に酸化反応などにより分解され褪色する色素であり、トリフェニルメタン系塩基性色素又はシアニン系塩基性色素を使用する。

【0020】トリフェニルメタン系塩基性色素の例としては、マラカイトグリーン、フクシン(マゼンダ)、パラローズアニリン、メチルバイオレット、クリスタルバイオレット、ピクトリアブルー、ナイトブルー等があり、市販品の多くは塩酸塩やシュウ酸塩が多いが、その他の酸の塩も使用できる。また、酸との塩を形成していないカルビノール塩基も好適な色素として使用できる。

【0021】シアニン系塩基性色素の例としては、以下のものが例示される。

C. I. ベーシックオレンジ 27

C. I. ベーシックレッド 12~15、27、37

C. I. ベーシックバイオレット 15、39

C. I. ベーシックブルー 62

sufficient storage stability was discovered.

[0015]

[Working Example(s)] This invention on substrate printing or applying ink which includes, or compound or possess dithiocarbamyl group compound (color change promoter) and (c) binder (adhesive) which possess (a) triphenylmethane basic dye, or carbinol base or cyanine type basic dye and (b) mercapto group as essential component is indicator for plasma sterilization which becomes.

[0016] Are combined to indicator as for triphenylmethane basic dye or carbinol base or the cyanine type basic dye or other dye which, That part in ink at least, when salt is formed with the color change promoter which is a compound which possesses mercapto group or a compound which possesses dithiocarbamyl group, it is, but dye which includes this salt the fading it does with low temperature gas plasma sterilization, colorless or it is something which almost changes color to colorless.

[0017] Furthermore, it could recognize fact that also types and the compounded amount of types and compounded amount and circle-3. binder (adhesive) of compound (color change promoter) which possesses types of circle-1. individual dye and compound or the dithiocarbamyl group which possesses compounded amount and circle-2. mercapto group vis-a-vis speed of the color change due to sterilization of indicator and stability for light, are related.

[0018] Combining another dye other than above-mentioned essential component, the modification color tone before sterilization and after sterilization also it is possible in indicator - which is a this invention to do.

[0019] Dye as component which is necessary for compilation of the indicator for plasma sterilization which is a this invention is disassembled and in plasma sterilization step by oxidation reaction etc it is a dye which fading is done, triphenylmethane basic dye or cyanine type basic dye is used.

[0020] As example of triphenylmethane basic dye, there is a malachite green, a fuchsine (magenta), a pararosaniline, a methyl violet, a Crystal Violet, a Victoria blue and a Nitro Blue etc, as for many of commercial product the acetate and oxalate are many, but you can use also salt of the other acid. In addition, you can use carbinol base which does not form salt of the acid as preferred pigment.

[0021] As example of cyanine type basic dye, those below are illustrated.

C.I. basic orange 27

C.I. basic red 12 to 15, 27 and 37

C.I. Basic Violet 15 and 39

C.I. basic blue 62

【0022】また、上記の必須成分としての色素以外に、プラズマ滅菌用インジケーターの滅菌前及び滅菌後の色調をモディファイする目的で、プラズマ滅菌処理によって褪色しない任意の色素を使用してもよい。

【0023】本発明であるプラズマ滅菌用のインジケーターの作成に必須な成分としての変色助剤は、メルカプト基（化1）を有する化合物またはジチオカルバミル基（化2）を有する化合物である。

【化1】

—SH

【化2】



【0024】前記メルカプト基（—SH）を有する化合物（変色助剤）の例としては、2-メルカプトベンツチアゾール、2-メルカプトベンツイミダゾール、2-メルカプトベンツオキサゾール、3-メルカプト-1, 2, 4-トリアゾール、3-メルカプト-4-メチル-4H-1, 2, 4-トリアゾール、2-メルカプトチアゾリン、5-メチル-1, 3, 4-チアジアゾール-2-チオール、1-フェニル-5-メルカプト-1H-テトラゾール、2-アミノ-5-メルカプト-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ジメルカプト-1, 3, 4-チアジアゾール、5-メルカプト-1-メチルテトラゾール、メルカプトコハク酸等が例示される。

【0025】また、前記ジチオカルバミル基を有する化合物（変色助剤）としては、テトラメチルチウラムモノスルフィド、テトラメチルチウラムジスルフィド、テトラエチルチウラムジスルフィド、テトラブチルチウラムジスルフィド、ビス（ペンタメチレン）チウラムジスルフィド、ジエチルジチオカルバミン酸-2-ベンゾチアゾリル等が例示される。

【0026】本発明のプラズマ滅菌用インジケーターの作成に必須な成分としてのバインダー（結着剤）としては、前記のインクの配合成分である色素や変色助剤を溶解するために用いる溶剤によく溶けるものであると同時に、上記の色素や変色助剤との相溶性のよいものを選ぶことが、インジケーターの色調の鮮明度や長期保存安定性向上のために必要である。

【0027】バインダー（結着剤）として使用することの出来る主なものとして、酢酸セルロース、酢酪酸セルロース、硝酸セルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロースなどのセルロース誘導体、ポリビニルアルコール（部分ケン

[0022] In addition, other than dye as above-mentioned essential component, with the objective which color before sterilization of indicator for plasma sterilization and after sterilization modification is done, it is possible to use the optional dye which fading is not done with plasma sterilization.

[0023] Color change promoter as necessary component is compound which possesses the mercapto group (Chemical formula 1) or compound which possesses dithiocarbamyl group (Chemical formula 2) in compilation of the indicator for plasma sterilization which is a this invention.

[Chemical Formula 1]

[Chemical Formula 2]

[0024] 2-mercapto benzthiazole, 2-mercapto benzimidazole, 2-mercapto benzoxazole, 3-mercapto-1,2,4-triazole, 3-mercapto-4-methyl-4H-1,2,4-triazole, 2-mercaptothiazoline, the 5-methyl-1,3,4-thiadiazole-2-thiol, 1-phenyl-5-mercapto-1H-tetrazole, 2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazole, 2,5-di mercapto-1,3,4-thiadiazole, 5-mercapto-1-methyl tetrazole and mercaptosuccinic acid etc are illustrated as example of compound (color change promoter) which possesses the aforementioned mercapto group (-SH).

[0025] In addition, tetramethyl thiuram monosulfide, tetramethyl thiuram disulfide, tetraethyl thiuram disulfide, tetrabutyl thiuram disulfide, bis(pentamethylene) thiuram disulfide and the 2-benzothiazolyl diethyldithiocarbamate etc are illustrated as compound (color change promoter) which possesses the aforementioned dithiocarbamyl group.

[0026] When it is something which dissolves well in solvent which is used in order to melt dye and color change promoter which are a mixed in component of the aforementioned ink as binder (adhesive) as necessary component in compilation of indicator for plasma sterilization of this invention, simultaneously, it is necessary for vividness of color of indicator and because of the long term storage increased stability to choose above-mentioned dye and those where the compatibility of color change promoter is good.

[0027] cellulose acetate, vinegar butanoic acid cellulose, cellulose nitrate, methylcellulose, ethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, the hydroxypropyl cellulose or other cellulose derivative and poly vinyl alcohol (partial saponificate and complete saponificate), poly vinyl acetate, poly vinyl butyral, polyvinyl pyrrolidone and



化物、完全ケン化物)、ポリビニルアセテート、ポリビニルブチラル、ポリビニルピロリドン、ポリビニルメチルエーテル等のビニル系ポリマーなどが例示される。

【0028】本発明のプラズマ滅菌用のインジケータを作成するためのインキに配合する必須成分としての色素、変色助剤、バインダー(結着剤)及び溶剤の配合量に関しては、各成分の種類及び性質により異なるので一概には言えないが、下記の程度である。

色素	0.1 ~	2部
変色助剤	0.3 ~	10部
バインダー	6 ~	20部
溶剤	70 ~	90部

【0029】色素としてはトリフェニルメタン系塩基性色素であるフクシンのカルビノール塩基0.16部、変色助剤として実施例1では2-アミノ-5-メルカプト-1,3,4-チアジアゾール1.5部、実施例2ではテトラエチルチウラムジスルフィド1.5部、実施例3ではジエチルジチオカルバミン酸-2-ベンゾチアゾリル1.5部、バインダー(結着剤)としてエチルセルロース(ダウケミカル社製エトセルNo.4)12部、溶剤としてメチルエチルケトンとイソプロパノールの混合物(1:1)約86.3部を使用してインキを作成し、それぞれをポリエチレン系合成紙(デュポン社製タイベック)の基材上に0.25m/mワイヤーバーで手塗りし、実施例1~3のプラズマ滅菌用インジケータを作成した。

【0030】これらのインジケータは何れも桃赤色を呈していたが、米国ジョンソンアンドジョンソンメディカル社のプラズマ滅菌器(STERRAD100 過酸化水素を使用したプラズマ滅菌器である)で、標準的条件にて滅菌処理したところ、色素が完全に褪色し、無色に変色した。

【0031】また、これらのインジケータを、米国アブトック社のプラズマ滅菌器(PLAZLYTE 過酸化水素、過酢酸及び酢酸の混合物を使用したプラズマ滅菌器である)で、標準的条件にて滅菌処理したところ、無色に変色した。

【0032】前記実施例1~3と比較するために、前記実施例に使用したインキの成分の中で変色助剤を配合しない物(比較例1~3)を作成し、タイベックに手塗りし、プラズマ滅菌用のインジケータを作成した。

【0033】これを、米国ジョンソン アンド ジョンソン メディカル社のプラズマ滅菌器及びアブトック社のプラズマ滅菌器にて、上記実施例1~3の場合と同条件で滅菌処理したところ、比較例1~3の試料は色素の褪色が不完全で赤みが残った。

polyvinyl methyl ether or other vinyl type polymer etc are illustrated as main ones which can use as binder (adhesive).

[0028] In regard to compounded amount of dye, color change promoter, binder (adhesive) and the solvent as essential ingredient which is combined to ink in order to draw up the indicator for plasma sterilization of this invention, because it differs depending upon types and property of each component you cannot say unconditionally, but it is a below-mentioned extent.

Dye	0.1 to	2 part
Color change promoter	0.3 to	10 part
Binder	6 to	20 part
Solvent	70 to	90 part

[0029] Is a triphenylmethane basic dye as dye carbinol base 0.16 part of fuchsine which, As color change promoter with Working Example 1 with 2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazole 1.5 part and Working Example 2 with the tetraethyl thiuram disulfide 1.5 part and Working Example 3 using blend (1:1) approximately 86.3 part of methylethyl ketone and isopropanol ethylcellulose (Dow Chemical Co. make Ethocel No.4) 12 part, as solvent as 2-benzothiazolyl diethyldithiocarbamate 1.5 part and the binder (adhesive), it drew up ink, on substrate of polyethylene type synthetic paper (Dupont Co. make Tyvek) hand coating did each one with 0.25 m/m wire bar, drew up indicator for plasma sterilization of the Working Example 1 to 3.

[0030] These indicator in each case had displayed peach red color, but with plasma sterilizer (It is a plasma sterilizer which uses Sterrad 100 hydrogen peroxide.) of United States Johnson and Johnson medical corporation, with standard condition when sterilization it does, the pigment did fading completely, changed color to colorless.

[0031] In addition, these indicator, with plasma sterilizer (It is a plasma sterilizer which uses mixture of Plazlyte hydrogen peroxide and peracetic acid and acetic acid.) of United States Abtox, Inc. (DB 18-635-4080) corporation, with standard condition when sterilization it does, it changed color to colorless.

[0032] In order to compare with aforementioned Working Example 1 to 3, it drew up the thing (Comparative Example 1 to 3) which does not combine color change promoter in component of ink which is used for aforementioned Working Example, hand coating did in the Tyvek, drew up indicator for plasma sterilization.

[0033] This, with plasma sterilizer of United States Johnson and Johnson medical corporation and plasma sterilizer of the Abtox, Inc. (DB 18-635-4080) corporation, with same condition as case of the above-mentioned Working Example 1 to 3 when sterilization it does, as for sample of the Comparative Example 1 to 3 fading of pigment being imperfect, reddish remained.

【0034】また、実施例1～3の試料及び比較例1～3の試料を予め直射日光に2時間曝露したところ、実施例1～3の試料では色調がやや暗色化したのみであったが、比較例1～3の試料では褪色がかなり顕著であった。

【0035】これらの日光に曝露した試料を上記の2種類のプラズマ滅菌器にて、上記と同じ滅菌条件にて滅菌処理したところ、実施例1～3の試料は完全に褪色し無色となったが、比較例1の試料は完全に褪色せず僅かに赤みが残った。

【0036】色素としてシアニン系塩基性色素である、ベーシックレッド12を0.16部使用した以外は実施例1～3と同様にしてインクを作成し、米国デュポン社製タイベック上に0.25m/mワイヤーバーで手塗りし、実施例4～6のプラズマ滅菌用インジケーターを作成した。

【0037】前記実施例4～6のインジケーターは何れも濃桃色を呈していたが、実施例1～3と同様に米国ジョンソンアンドジョンソンメディカル社のプラズマ滅菌器及び米国アプトック社のプラズマ滅菌器で、標準的条件にて滅菌処理したところ何れも無色になった。

【0038】変色助剤を配合しない以外は実施例4～6と同様の組成でインクを作成し、これをタイベック上に手塗りして比較例4～6のプラズマ滅菌用インジケーターを作成した。これを実施例4～6の場合と同じ条件で米国ジョンソンアンドジョンソンメディカル社のプラズマ滅菌器にて滅菌処理したところ、ほとんど褪色しなかった。

【0039】この試料を実施例4～6の場合と同条件で米国アプトック社製滅菌器にて滅菌したところほぼ完全に褪色し、無色となった。しかしこの試料は下記のように実施例4～6の試料に比べて光安定性の点で劣っていた。

【0040】実施例4～6の試料及び比較例4～6の試料を予め直射日光に2時間曝露したところ、実施例4～6の試料は濃桃色の色がやや褪色する程度であるのに比べて、比較例4～6の試料では大幅な褪色を示した。

【0041】また、色素としてトリフェニルメタン系の塩基性色素であるパラローズアニリン塩酸塩0.18部、変色助剤として3-メルカプト-1,2,4-トリアゾール0.5部、バインダーとしてポリビニルアルコール（完全ケン化物）10.0部、溶剤として水約89部を使用してインクを作成し、ポリプロピレン系合成紙（王子製紙社製ユボ）の基材

[0034] In addition, when sample of sample and Comparative Example 1 to 3 of Working Example 1 to 3 the 2 hours is exposed beforehand in direct sunlight, with sample of the Working Example 1 to 3 color tone was to dark color converted only a little, but with the sample of Comparative Example 1 to 3 fading was quite remarkable.

[0035] Sample which is exposed in these sun light with plasma sterilizer of the above-mentioned 2 kinds, with same sterilization condition as description above when the sterilization it does, fading it did sample of Working Example 1 to 3 completely and became colorless, but sample of Comparative Example 1 did not do fading completely and reddish remained barely.

[0036] It is a cyanine type basic dye as dye, 0.16 part other than using basic red 12, it drew up ink with as similar to Working Example 1 to 3, on United States Dupont Co. make Tyvek hand coating did with 0.25 m/m wire bar, drew up indicator for plasma sterilization of the Working Example 4 to 6.

[0037] Indicator of aforementioned Working Example 4 to 6 in each case had displayed the deep peach color, but in same way as Working Example 1 to 3 with plasma sterilizer of United States Johnson and Johnson medical corporation and plasma sterilizer of United States Abtox, Inc. (DB 18-635-4080) corporation, with standard condition when sterilization it does in each case became colorless.

[0038] Besides color change promoter is not combined it drew up ink with composition which is similar to Working Example 4 to 6, hand coating did this on Tyvek and drew up indicator for plasma sterilization of Comparative Example 4 to 6. This with same condition as case of Working Example 4 to 6 with plasma sterilizer of the United States Johnson and Johnson medical corporation when sterilization it does, fading it did not do for most part.

[0039] This sample with same condition as case of Working Example 4 to 6 with United States Abtox, Inc. (DB 18-635-4080) supplied sterilizer when sterilization it does fading it did almost, completely became the colorless. But this sample as description below was inferior in point of the photostability in comparison with sample of Working Example 4 to 6.

[0040] When sample of sample and Comparative Example 4 to 6 of Working Example 4 to 6 2 hours is exposed beforehand in direct sunlight, sample of Working Example 4 to 6 although it is a extent which color of deep peach color does fading a little comparing with sample of Comparative Example 4 to 6 showed large fading.

[0041] In addition, as pararosaniline acetate 0.18 part and color change promoter which are a basic dye of triphenylmethane type as dye as 3-mercapto-1,2,4-triazole 0.5 part and binder using water approximately 89 part as poly vinyl alcohol (complete saponificate) 10.0 part, and solvent it drew up ink, on substrate of polypropylene type synthetic paper (Oji Paper Co. Ltd. (DB 69-053-

上に0.25m/mワイヤーバーで手塗りし、実施例7のプラズマ滅菌用インジケータを作成した。

【0042】実施例7のインジケータは赤色を呈していたが、これを実施例1～6の場合と同様に米国ジョンソン アンド ジョンソン メディカル社のSTERRAD100及び米国アプトック社のPLAZLYTEにて、標準的条件下で滅菌したところ完全に褪色し無色となった。

【0043】変色助剤を配合しない以外は実施例7と同じ組成でインクを作成し、前記合成紙ユポに手塗りし、比較例7のプラズマ滅菌用インジケータを作成した。これを実施例7の場合と同様にプラズマ滅菌器STERRAD100及びPLAZLYTEにて滅菌したところ、ほとんど褪色せず、赤色のままであった。なお、実施例7及び比較例7の試料を直射日光に2時間曝露したが、褪色は何れも少なかった。

【0044】色素としてトリフェニルメタン系色素であるピクトリアブルーのカルビノール塩基0.1部、変色助剤としてテトラエチルチウラムジスルフィド3部、バインダー（結着剤）としてエチルセルロース（ダウケミカル社製エトセルNo.4）12部、溶剤としてメチルエチルケトンとイソブタンノールの混合物（1:1）84.9部を使用してインクを作成し、ポリエチレン系合成紙（デュボン社製タイベック）及びセルロース系の滅菌紙の基材上に0.25m/mワイヤーバーで手塗りし、実施例8のプラズマ滅菌用インジケータを作成した。

【0045】これらのインジケータは何れも青色の色調を呈していたが、アプトック社のプラズマ滅菌器PLAZLYTEにて標準的条件下の滅菌にかけたところ何れも完全に褪色し無色となった。

【0046】また、タイベックの塗布品をジョンソンアンドジョンソンメディカル社製のプラズマ滅菌器STERRAD100にて滅菌したところ、完全に褪色し無色になった。なお、STERRAD100ではセルロース系素材の滅菌は禁止しているため、滅菌紙への手塗り品の滅菌テストは行わなかった。

【0047】変色助剤を配合しない以外は、実施例8と同様にインクを作成し、これをタイベック及び滅菌紙の基材上に手塗りして、比較例8のプラズマ滅菌用インジケータを作成した。これを米国アプトック社の滅菌器PLAZLYTEにて滅菌したところ僅かしか褪色せず、青色を呈していた。

【0048】また、タイベックへの手塗り試料を米国ジョンソンアンドジョンソンメディカル社の滅菌器STERRAD100にて滅菌したところ、この場合にも僅かしか褪色せず、青色を呈していた。実施例8及び比較例8のインジケータを直射日光に2時間曝露したところ、実施例8の試料では褪色が少なかったが、比較例8の試料では褪色度合いが大き

6164) supplied Yupo) hand coating did with 0.25 m/m wire bar, drew up the indicator for plasma sterilization of Working Example 7.

[0042] Indicator of Working Example 7 red color was displayed, but this in same way as case of Working Example 1 to 6 with Sterrad 100 of United States Johnson and Johnson medical corporation and Plazlyte of United States Abtox, Inc. (DB 18-635-4080) corporation, with standard condition when sterilization it does fading it did completely and became colorless.

[0043] Besides color change promoter is not combined it drew up in k with same composition, as Working Example 7 hand coating did in aforementioned synthetic paper Yupo, drew up the indicator for plasma sterilization of Comparative Example 7. This in same way as case of Working Example 7 with plasma sterilizer Sterrad 100 and the Plazlyte when sterilization it does, fading it does not do for most part, it continued to be a red color. Furthermore, sample of Working Example 7 and Comparative Example 7 2 hours was exposed in direct sunlight, but fading in each case was little.

[0044] Carbinol base 0.1 part of Victoria blue which is a triphenyl methane dye as dye, as color change promoter as the tetraethyl thiuram disulfide 3 part and binder (adhesive) using blend (1:1) 84.9 part of methylethylketone and isopropanol the ethylcellulose (Dow Chemical Co. make Ethocel No.4) 12 part, as solvent, it drew up ink, in polyethylene type synthetic paper (Dupont Co. make Tyvek) and on substrate of sterilization paper of cellulose type hand coating did with the 0.25 m/m wire bar, drew up indicator for plasma sterilization of Working Example 8.

[0045] These indicator in each case and had displayed color tone of blue, but when you applied on sterilization of standard condition with plasma sterilizer Plazlyte of Abtox, Inc. (DB 18-635-4080) corporation in each case fading it did completely and became the colorless.

[0046] In addition, coated object of Tyvek with plasma sterilizer Sterrad 100 of Johnson and Johnson medical supplied when the sterilization it does, fading it did completely and became colorless. Furthermore, with Sterrad 100 as for sterilization of cellulose type material because it has prohibited, it did not do sterilization test of hand coated object to sterilization paper.

[0047] Besides color change promoter is not combined, it drew up in k to similar to the Working Example 8, this hand coating did on substrate of Tyvek and sterilization paper, drew up indicator for plasma sterilization of Comparative Example 8. This with sterilizer Plazlyte of United States Abtox, Inc. (DB 18-635-4080) corporation when sterilization it does barely only fading it did, displayed blue.

[0048] In addition, hand coating sample to Tyvek with sterilizer Sterrad 100 of United States Johnson and Johnson medical corporation when sterilization it does, even in this case barely only the fading it did, displayed blue. indicator of Working Example 8 and Comparative Example 8 in direct sunlight 2 hours when it exposes, among sample of Working Example 8 fading was little, but with the

かった。

【0049】実施例9では、色素としてトリフェニルメタン系塩基性色素であるパラローズアニリン塩酸塩0.18部、このほかにプラズマ滅菌処理で褪色しない堅牢度の高い色素としてフタロシアニングリーン0.50部、カヤセットイエロー476（日本化薬社製）0.10部を用いた。

【0050】また、実施例10では色素をシアニン系塩基性色素である、ベーシックレッド12を0.26部、このほかにプラズマ滅菌処理で褪色しない堅牢度の高い色素としてフタロシアニングリーン0.50部、カヤセットイエロー476（日本化薬社製）0.10部を用いた。

【0051】実施例9及び実施例10共通のものとして、変色助剤としてテトラエチルチウラムジスルフィド0.80部、バインダー（結着剤）としてエチルセルロース（ダウケミカル社製エトセルNo.4）1.2部、溶剤としてエタノール約85.4部を用いて、これらをボールミルにてインク化し、それぞれをポリエチレン系合成紙（デュポン社製タイベック）の基材上に0.25m/mのワイヤーバーを用いて手塗りし、実施例9及び実施例10のプラズマ滅菌用のインジケータを作成した。

【0052】実施例9及び実施例10のインジケータの色調は、それぞれ褐色及びやや茶褐色味のある赤色であったが、これらを米国 ジョンソン アンド ジョンソン メディカル社のプラズマ滅菌器STERRAD100にて、標準的条件にて滅菌処理したところ、それぞれに含まれる色素パラローズアニリン及びベーシックレッド12が完全に褪色し、緑色に変色した。

【0053】変色助剤を配合しない以外は実施例9及び実施例10と同様にしてインクを作成し、タイベックに手塗りし、比較例9及び比較例10のプラズマ滅菌用インジケータを作成した。比較例9及び比較例10のインジケータの色調は、それぞれ実施例9及び実施例10のインジケータの色調とほぼ同じであった。これらをプラズマ滅菌器STERRAD100にて実施例9及び実施例10と同条件で、滅菌処理したところ何れもほとんど変色しなかった。

【0054】また、実施例9及び実施例10、比較例9及び比較例10のインジケータを直射日光に2時間曝露したところ、実施例9のインジケータは色調がやや暗色化するが褪色は全く見られなかったが、比較例9のインジケータでは暗色化の他に褪色する傾向が見られた。実施例10及び比較例10のインジケータでは何れもやや褪色が見られたが、実施例10の物では比較例6に比べて褪色の度合いが少なかった。

sample of Comparative Example 8 fading extent was large.

[0049] With Working Example 9, phthalocyanine green 0.50 part and Kayaset yellow 476(Nippon Kayaku Co. Ltd. (DB 69-054-7468) supplied) 0.10 part were used pararosanine hydrochloride 0.18 part which is triphenylmethane basic dye as pigment, in addition as pigment where fastness which fading is not done is high with plasma sterilization.

[0050] In addition, with Working Example 10 pigment it is a cyanine type basic dye, phthalocyanine green 0.50 part and the Kayaset yellow 476(Nippon Kayaku Co. Ltd. (DB 69-054-7468) supplied) 0.10 part were used 0.26 part, in addition basic red 12 as pigment where the fastness which fading is not done is high with plasma sterilization.

[0051] As Working Example 9 and Working Example 10 common ones, as color change promoter as tetraethyl thiuram disulfide 0.80 parts and binder (adhesive) then making ink it did these with ball mill making use of ethanol approximately 85.4 part ethylcellulose (Dow Chemical Co. make Ethocel No.4) 1.2 part, as solvent, hand coating it did each one on substrate of polyethylene type synthetic paper (Dupont Co. make Tyvek) making use of wire bar of the 0.25 m/m, drew up indicator for plasma sterilization of Working Example 9 and Working Example 10.

[0052] Color of indicator of Working Example 9 and Working Example 10, respective brown and a little it was a red color which has brown taste, but these with plasma sterilizer Sterrad 100 of the United States Johnson and Johnson medical corporation, with standard condition when sterilization it does, dye pararosanine and basic red 12 which are included respectively did fading completely, changed color to green color.

[0053] Besides color change promoter is not combined it drew up in ink with as similar to Working Example 9 and Working Example 10, hand coating did in Tyvek, drew up indicator for the plasma sterilization of Comparative Example 9 and Comparative Example 10. color of indicator of Comparative Example 9 and Comparative Example 10 was almost same as color of indicator of respective Working Example 9 and Working Example 10. These with plasma sterilizer Sterrad 100 with same condition as Working Example 9 and Working Example 10, when sterilization it does none changed color for most part.

[0054] In addition, indicator of Working Example 9 and Working Example 10 and Comparative Example 9 and Comparative Example 10 in direct sunlight the 2 hours when it exposes, indicator of Working Example 9 to dark color it converts but fading you could not see color tone a little completely, but with indicator of Comparative Example 9 you could see tendency which fading is done to other than dark color conversion. With indicator of Working Example 10 and Comparative Example 10 anyway you could see fog and fading, but among those of Working Example 10 extent of fading was less in comparison with Comparative Example 6.

【0055】

【発明の効果】以上説明したように、本発明を適用して作成したプラズマ滅菌用インジケータは次のような効果が得られる。第1に、滅菌紙その他の素材から成る滅菌用包装材料の表面に塗布又は印刷したものを使用すれば、滅菌対象物が滅菌工程を経たかどうかの判別が色でできるようになる。

【0056】第2に、カードなどに印刷したものを滅菌対象物と一緒に滅菌すれば、滅菌後その対象物に作用した滅菌条件が適切であったかどうかを色調変化から検知できる。

【0057】第3に、環境光（太陽光、蛍光灯など）による変色や、変質（滅菌処理時の変色性の低下）が少ないため、インジケータの取り扱いや保存が楽である。

[0055]

[Effects of the Invention] As above explained, applying this invention, indicator for plasma sterilization which it drew up is acquired next kind of effect. Those which to surface of packaging material for sterilization which if consists of sterilization paper other material it applies or prints, or were used for the 1st, it reaches point where it can distinguish with color whether or not sterilization object passed sterilization step of.

[0056] If in 2nd, those which are printed in card etc sterilization were done in sterilization object and simultaneous, it can detect from color change whether or not sterilization condition which operated object after sterilization was appropriate.

[0057] Because in 3rd, color change and property change (Decrease of color change property at time of sterilization) due to ambient light (Such as sunlight and fluorescent lamp) are little, handling and storage of indicator is easy.